資料６－４

脂肪酸メチルエステル混合軽油－酸化安定性試験方法（案）

1. 適用範囲　この規格は，軽油及びその軽油に脂肪酸メチルエステル（以下，FAME という。）を 5%まで混合した燃料の酸化安定性について，加速酸化条件下での酸化安定性試験前後の酸価増加量（以下，Δ酸価という。）を測定する方法を規定する。

備考　この規格は，危険な試薬，操作及び試験器を用いることがあるが，安全な使用方法を全て規定しているわけではないので，この試験方法の使用者は試験に先立って，適切な安全上及び健康上の禁止事項を決めておかなければならない。

参考　この試験方法は，**ISO 12205**：1995 Petroleum products-Determination of the oxidation stability of middle-distillate fuels 及び **JIS K 2501**：2003 石油製品及び潤滑油－中和価試験方法の電位差滴定法（酸価）を参考にして作成した。

2. 引用規格　次に掲げる規格は，この規格に引用されることによって，この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は，その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS K 8034　アセトン（試薬）
JIS K 8680　トルエン（試薬）
JIS K 8891　メタノール（試薬）
JIS K 0557　水
JIS K 2251　原油及び石油製品－試料採取方法
JIS K 2501　石油製品及び潤滑油－中和価試験方法
JIS Z 8401　数値の丸め方
JIS Z 8402-6　測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）第 6 部：精確さに関する値の実用的な使い方
ISO 3171　Petroleum liquids-Automatic pipeline sampling

3. 定義　この規格で用いる主な用語の定義は，次による。

a) **FAME（Fatty acid methyl esters）**動物油，植物油などをメチルエステル化し，精製して製造されたディーゼル燃料用の脂肪酸メチルエステル。
b) **Δ酸価**　酸化安定性試験後の酸価増加量で，酸化安定性試験後の酸価から酸化安定性試験前の酸価を減じた値。

4. 試験の原理　予めろ過した試験油を 115℃，16 時間，酸素を吹込みながら酸化劣化させる。この酸化劣化試験前と試験後に，**JIS K 2501** に従って，酸価－電位差滴定法によって，酸価を測定する。

備考　**ISO12205** における試験温度は，95℃であるが，本規格における試験温度は，115℃とする。

5. 試薬　試薬は，次による。

a) **アセトン**　**JIS K 8034** に規定するもの。
b) **トルエン**　**JIS K 8680** に規定するもの。
c) **メタノール**　**JIS K 8891** に規定するもの。

d) 三種混合溶剤（TAM） アセトン，トルエン及びメタノールを等容量ずつ混合した溶剤。

e) 酸素 **JIS K 1101** に規定する純度 99.5%以上のもの。

f) 水 **JIS K 0557** に規定する A3 のもの。

6. 試験器 試験器は，校正，検証し，製造業者の取扱説明書に従って適切に維持管理する。

a) 酸化器 **図 1** に示すもので，ほうけい酸ガラス製の試験管，凝縮器及び酸素吹込管から構成される。

備考 本試験で使用する試験器は，銅及び鋼鉄製コイルを使用する **JIS K 2514** 潤滑油－酸化安定度試験方法のタービン油酸化安定度試験方法で規定する試験器と同一であるので，これらの金属残さが残らないように予め試験器を充分に洗浄する。

b) 恒温槽 酸化器中の試料を 115℃±0.2℃に保つことができる浴液を備えるもの。浴液中の温度が均一になるようなかき混ぜ機を備え，深さ約 350mm まで酸化器が浸すことができるもので，酸化試験中に試料を光から遮蔽できるもの。酸化器一台あたりの浴液最少量は，6L とする。

参考 同一容量で制御装置を備えた金属ブロック浴を用いてもよい。

c) 流量計 酸素の流量を 3.0L/h±0.3L/h に調節できるもので，酸化器毎に設置する。

d) ガラス器具乾燥用恒温槽 ガラス器具を 105℃±5℃で乾燥できるもの。

e) ろ過装置 **図 2** に示すもので，フィルタを保持できるもの。

f) フィルタ 細孔径 0.8μm，直径 47mm，PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）製メンブランフィルタ。試験前の予備ろ過には一枚，ろ過分離不溶解分の測定には二枚重ねて使用する。

備考 セルロースエステル製フィルタは，酸・アルコール・エステル等に対する耐薬品性が低いので用いない。

g) その他の機器 フィルタを取り扱うための先がスペード型のピンセット。ストップウォッチ。

7. 試験の準備 試験の準備は，次による。

7.1 酸化器以外のガラス器具の準備 全てのガラス器具を三種混合溶剤で洗い，さらに水ですすぐ。アルカリ性又は，中性洗剤で洗い，**JIS K 0557** に規定する 水で三回すすぎ，その後アセトンですすぎ，乾燥する。

7.2 酸化器及び付属機器の準備 **7.1** の操作を終了後，弱アルカリ性又は中性洗剤を希釈した **JIS K 0557** に規定する水で酸化器の試験管に満たす。試験管に酸素吹込管を取り付け，酸素吹込管の上に凝縮器を取り付け，少なくとも 2 時間浸しておく。これらを洗い，水道水で五回すすぎ，**JIS K 0557** に規定する 水で三回すすぐ。さらにアセトンですすいだ後，酸化器及び吹込管を乾燥する。

8. 試料の採取方法及び調製方法 試料の採取方法及び調製方法は，次による。

8.1 **JIS K 2251** に規定する一次試料の採取方法及び二次試料調製方法又はそれに準じた方法によって，採取及び調製する。

8.2 試料容器から試料の採取は，十分なかくはん後，直射日光を避けた場所で行う。酸化前の貯蔵，酸化及び酸化後の冷却は，暗所で行う。なお，酸化後の試料の冷却方法については，後述の **10.3** 試料の冷却に基づいて行う。

8.3 試験容器は，予め二回共洗いしたエポキシ樹脂又は同等の材質でライニングした金属製もしくはほうけい酸ガラス製を用いる。ソーダガラス製またプラスチック製容器は，可塑剤が溶け出る可能性があるので，用いてはならない。

8.4 試料の受領後，直ちに試験を行う。

備考 一日以内に試験できないときは，窒素，アルゴン又はヘリウムのような酸素を含まないガスを封入し，10℃以下の温度で貯蔵する。

9. 試料の準備 試料の準備は，次による。

9.1 タンク，ドラム又は容量 19L を超える容器に入った試料のときは，**8.2** の手順で分取する。

9.2 少量の試料は，振とう，転がしなどで混ぜて，試料を注ぐかピペットその他の手段で採る。

9.3 受領試料に触れる全てのチューブ，シール容器及びピペットなどの器具は，三種混合溶剤で洗浄し，試料で共洗いする。10℃以下で貯蔵してきた試料の場合は，室温にして，不溶性のワックスがないことを確認してから，かくはんして分取する。

10. 試験の手順 試験の手順は，次による。

10.1 試料のろ過 **図 2** のろ過装置のフィルタ保持台に一枚のフィルタを取り付け，約 80kPa の圧力で吸引する。500mL の洗浄した吸引フラスコに試料 450mL をフィルタろ過する。試料毎にろ過を繰り返す。

備考 異なる試料に使用済フィルタを使ってはならない。前の試料でフィルタに付着したたい積物が次の試料の固形物をより多く除去してしまうことがあるためである。

10.2 試料の採取 吸引フラスコを傾斜し，試料の 50ml±0.5ml を取り分ける。

10.3 酸価の測定 **10.2** にて分取した試料を，ただちに **JIS K 2501** に従って，電位差滴定法によって測定する。ただちに測定できない場合には，不活性ガスを封入して試料を暗所に保存し，できるだけ速やかに測定する。

10.4 酸化器の組み立て 清浄な試験管に清浄な酸素吹込管を取り付け，ろ過した試料 350mL±5mL をこれに入れる。60 分を超えないうちに恒温槽中の試料が液浴の面より下になるように酸化器を浸す。この間の酸化器は，暗所に置いておく。酸化器と酸素吹込管の上に凝縮器をのせ，凝縮器に冷却水を接続する。酸素吹込管に流量計を介して酸素供給管を接続し，流量を 3.0L/h±0.3L/h に調節する。試料に光が当たらないようにする。最初の酸化器を恒温槽に浸した時刻をゼロとして記録し，酸化器を 115℃±0.2℃にて 16.00ｈ±0.25ｈ保持する。恒温槽中の酸化器の配置を記録しておく。恒温槽に入れる酸化器の数が定数に満たない場合は，ある試料を 350mL 入れ，酸素吹込管及び凝縮器を付けないダミー管を恒温槽に浸して定数とする。

10.5 試料の冷却 試料を恒温槽から取り出し，酸化器の口をアルミニウムホイール又はプラスチックで粉塵が入らないように塞ぐ。すぐに氷水中（約 0℃）にて 5 時間放置する。

10.6 試料の採取 酸化器を傾斜し，上澄みの部分を 50ml±0.5ml 取り分ける。

10.7 酸価の測定 **10.6** にて分取した試料を，ただちに **JIS K 2501** に従って，電位差滴定法によって測定する。ただちに測定できない場合には，不活性ガスを封入して試料を暗所に保存し，できるだけ速やかに測定する。

11. 計算方法 計算方法は，次による。

11.1 Δ酸価 次の数式を用いて，Δ酸価を求める。

$$\Delta TAN = TAN_t - TAN_o$$

ここに，ΔTAN：Δ酸価（mg KOH/g）

TAN_t：**10.7** により得られた酸化安定性試験後の酸価（mg KOH/g）

TAN_0：**10.3** により得られた酸化安定性試験前の酸価（mg KOH/g）

12. 結果の表し方　結果の表し方は，**JIS K 2501** による。

13. 精度　この試験方法で得られた試験結果の許容差（確率 0.95）は次による。

備考　試験結果が許容差を外れた場合には，**JIS Z 8402-6** の規定によって処理する。

a) 室内併行精度　同一試験室において，同一人が，同一試験装置で，引き続き短時間内に同一試料を 2 回試験したとき，試験結果の差の許容差を**表 4** に示す。

b) 室間再現精度　異なる試験室において，別人が別の試験装置で，同一試料をそれぞれ 1 回ずつ試験し求めた 2 個の試験結果の差の許容差を**表 4** に示す。

表 1　計算精度

	室内併行許容差	室間再現許容差
酸価（単位：mgKOH/g）	y＝0.24 X+0.015	y＝1.10X+0.024

備考　X：試験結果の平均値

14. 試験結果の報告　試験結果には次の事項を記載する。

a) 試料名，採取場所及び採取年月日

b) 試験方法名

c) **11.**によって得られた結果

d) 酸化器を恒温槽に浸せきした時間について，16ｈ±0.25ｈ以外の場合には，その時間を報告する。

e) 特記事項

単位 mm

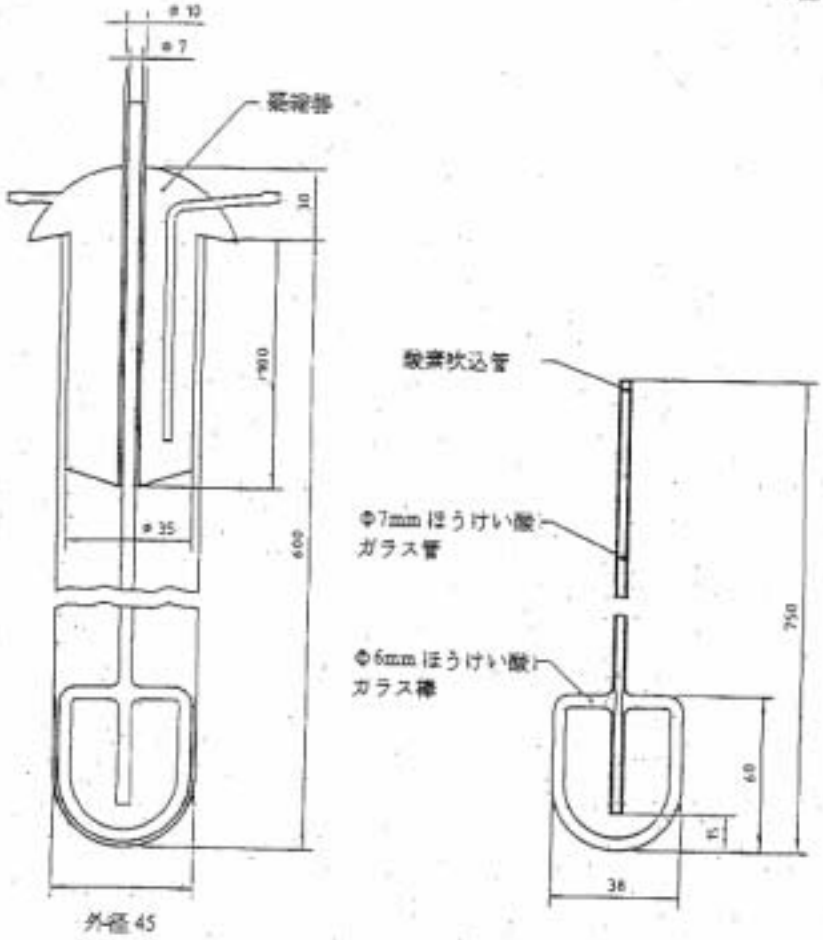

図1 酸化器

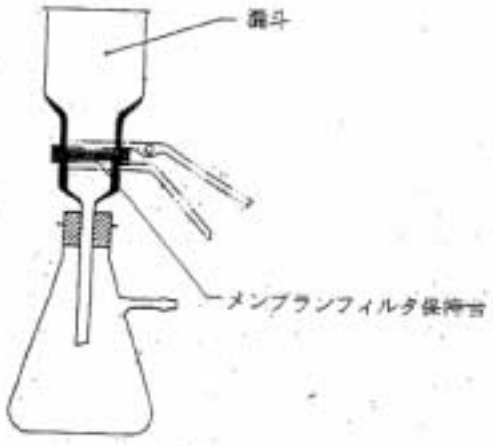

図2 ろ過装置